

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Patent Application of:
Masanori Hashiba, et al.

Application No.: NEW APPLICATION

Confirmation No.: N/A

Filed: September 17, 2003

Art Unit: N/A

For: FIBER BOARD AND ITS PRODUCING METHOD

Examiner: Not Yet Assigned

CLAIM FOR PRIORITY AND SUBMISSION OF DOCUMENTS

MS Patent Application
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Dear Sir:

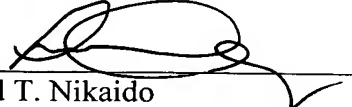
Applicant hereby claims priority under 35 U.S.C. 119 based on the following prior foreign application filed in the following foreign country on the date indicated:

| <u>Country</u> | <u>Application No.</u> | <u>Date</u> |
|----------------|------------------------|--------------------|
| Japan | 2002-271544 | September 18, 2002 |

In support of this claim, a certified copy of the said original foreign application is filed herewith. Applicant believes no fee is due with this response. However, if a fee is due, please charge our Deposit Account No. 18-0013, under Order No. OGW-0285 from which the undersigned is authorized to draw.

Dated: September 17, 2003

Respectfully submitted,

By 
David T. Nikaido

Registration No.: 22,663

Lee Cheng

Registration No.: 40,949

RADER, FISHMAN & GRAUER PLLC
1233 20th Street, N.W., Suite 501
Washington, DC 20036
(202) 955-3750
Attorneys for Applicant

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 9 月 1 8 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 2 7 1 5 4 4
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 2 - 2 7 1 5 4 4]

出 願 人 アラコ株式会社
Applicant(s): 東レ株式会社
 豊田通商株式会社
 トヨタ自動車株式会社

2 0 0 3 年 8 月 1 4 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 6 6 1 6 6

【書類名】 特許願

【整理番号】 PA02091801

【提出日】 平成14年 9月18日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B27N 3/04

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県豊田市亀首町金山 8 8 番地 アラコ株式会社内

 【氏名】 羽柴 正典

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県豊田市亀首町金山 8 8 番地 アラコ株式会社内

 【氏名】 加藤 剛裕

【発明者】

 【住所又は居所】 愛知県豊田市亀首町金山 8 8 番地 アラコ株式会社内

 【氏名】 玉樹 幸祐

【発明者】

 【住所又は居所】 滋賀県大津市大江 1 丁目 1 番 1 号 東レ株式会社瀬田工場内

 【氏名】 三戸 理

【発明者】

 【住所又は居所】 滋賀県大津市大江 1 丁目 1 番 1 号 東レ株式会社瀬田工場内

 【氏名】 松村 一也

【発明者】

 【住所又は居所】 滋賀県大津市大江 1 丁目 1 番 1 号 東レ株式会社瀬田工場内

 【氏名】 藤山 友道

【発明者】

 【住所又は居所】 静岡県三島市 4 8 4 5 番地 東レ株式会社三島工場内

 【氏名】 前田 裕平

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市中村区名駅四丁目 7 番 2 3 号 豊田通商株式会社内

【氏名】 杉山 英路

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内

【氏名】 稲生 隆嗣

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内

【氏名】 浦山 裕司

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内

【氏名】 奥山 久嗣

【特許出願人】

【識別番号】 000101639

【氏名又は名称】 アラコ株式会社

【代表者】 本並 正直

【特許出願人】

【識別番号】 000003159

【氏名又は名称】 東レ株式会社

【代表者】 榊原 定征

【特許出願人】

【識別番号】 000241485

【氏名又は名称】 豊田通商株式会社

【特許出願人】

【識別番号】 000003207

【氏名又は名称】 トヨタ自動車株式会社

【代表者】 齋藤 明彦

【代理人】

【識別番号】 100066865

【弁理士】

【氏名又は名称】 小川 信一

【選任した代理人】

【識別番号】 100066854

【弁理士】

【氏名又は名称】 野口 賢照

【選任した代理人】

【識別番号】 100068685

【弁理士】

【氏名又は名称】 斎下 和彦

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 002912

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 繊維系ボード及びその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 天然繊維にバインダとしてポリ乳酸系樹脂が混在し、見かけ密度が 0.2 g/cm^3 以上であることを特徴とする繊維系ボード。

【請求項 2】 前記ポリ乳酸系樹脂のカルボキシル末端量が 10 当量/t 以下である請求項 1 に記載の繊維系ボード。

【請求項 3】 前記ポリ乳酸系樹脂にポリカルボジイミド化合物が添加されている請求項 2 に記載の繊維系ボード。

【請求項 4】 原料ペレットの状態での残存モノマー量が 500 ppm 以下のポリ乳酸系樹脂を用いた請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の繊維系ボード。

【請求項 5】 下式により計算される曲げ強さが初期値として 30 MPa 以上である請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の繊維系ボード。

$$\text{曲げ強さ (MPa)} = 3PL / 2Wt^2$$

P：最大曲げ荷重 (N)

L：支点間距離 (mm)

W：試験片の幅 (mm)

t：試験片の厚さ (mm)

【請求項 6】 50°C 、 $95\% \text{ RH}$ の高温高湿下で 1200 時間放置した後の曲げ強さの初期値に対する保持率が 20% 以上である請求項 5 に記載の繊維系ボード。

【請求項 7】 前記ポリ乳酸系樹脂の混率が $10 \sim 90 \text{ 重量\%}$ である請求項 1 ～ 6 のいずれかに記載の繊維系ボード。

【請求項 8】 原料ペレットの状態での残存モノマー量が 500 ppm 以下のポリ乳酸系樹脂を溶融紡糸により繊維化し、該ポリ乳酸系樹脂の繊維を天然繊維を混織してシート状にし、これを加熱加圧成型することを特徴とする繊維系ボードの製造方法。

【請求項 9】 前記ポリ乳酸系樹脂にポリカルボジイミド化合物を混練した後、該ポリ乳酸系樹脂を溶融紡糸により繊維化する請求項 8 に記載の繊維系ボ-

ドの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は自動車内装材用途あるいは建築材料用途に用いる繊維系ボード及びその製造方法に関するものである。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

繊維材料に熱可塑性繊維を混在した繊維積層体を加熱加圧成型してなる繊維系ボードは、例えば、ドアトリム基材、インナーパネル、ピラーガーニッシュ、リヤパッケージ、天井基材、衝撃吸収材、吸音材等の自動車内装材としてや、壁材、床材、床下の衝撃吸収材、断熱材等の建材として使用されている。

【0 0 0 3】

また、近年地球的規模での環境問題に対して、廃棄時の環境負荷軽減の観点から生分解性を有する繊維系ボードとして、天然繊維とセルロース系の生分解性プラスチックを混在してなる繊維系ボードが開示されている（例えば、特許文献 1 参照。）。

【0 0 0 4】

しかしながら、セルロース系の生分解性プラスチックは、製造段階での環境への影響度を考えたとき、溶剤を多量に必要とするという問題がある。このような溶剤としては、例えば、植物からセルロースを単離するプロセスで使用されるアルカリ溶媒、セルロース誘導体を合成する時に使用されるジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド、N-メチルモルホリン-N-オキシド等、繊維化する際に使用される二硫化炭素、塩化メチレン等が挙げられる。

【0 0 0 5】

したがって、セルロース系の生分解性プラスチックは非石油系の生分解性プラスチックでありながら、製造プロセスにおいては石油系溶剤を多量に使用しており、それを用いた繊維系ボードの製造、使用、廃棄の段階を全体で考えたとき、環境への負荷は少なくはないことが問題であった。

【0006】

【特許文献1】

特開 2000-127117号公報

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、かかる従来技術の欠点を鑑み、製造、使用、廃棄の段階全体で環境への負荷を少なくし、さらには自動車内装材あるいは建材の用途で使用可能にするために曲げ強さが強く、高温高湿下での曲げ強さの保持率も高い繊維系ボード及びその製造方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明は、かかる課題を解決するために、次のような手段を採用する。

【0009】

- (1) 天然繊維にバインダとしてポリ乳酸系樹脂が混在し、見かけ密度が 0.2 g/cm^3 以上であることを特徴とする繊維系ボード。
- (2) 上記繊維系ボードにおいて、前記ポリ乳酸系樹脂のカルボキシル末端量が 10 当量/t 以下であることを特徴とする繊維系ボード。
- (3) 上記繊維系ボードにおいて、前記ポリ乳酸系樹脂にポリカルボジイミド化合物が添加されていることを特徴とする繊維系ボード。
- (4) 上記繊維系ボードにおいて、原料ペレットの状態での残存モノマー量が 500 ppm 以下のポリ乳酸系樹脂を用いたことを特徴とする繊維系ボード。
- (5) 上記繊維系ボードにおいて、下式により計算される曲げ強さが初期値として 30 MPa 以上であることを特徴とする繊維系ボード。

$$\text{曲げ強さ (MPa)} = 3PL / 2Wt^2$$

P：最大曲げ荷重 (N)

L：支点間距離 (mm)

W：試験片の幅 (mm)

t：試験片の厚さ (mm)

- (6) 上記繊維系ボードにおいて、 50°C 、 $95\% \text{ RH}$ の高温高湿下で 120

0 時間放置した後の曲げ強さの初期値に対する保持率が 2 0 % 以上であることを特徴とする繊維系ボード。

(7) 上記繊維系ボードにおいて、前記ポリ乳酸系樹脂の混率が 1 0 ~ 9 0 重量 % である繊維系ボード。

(8) 原料ペレットの状態での残存モノマー量が 5 0 0 p p m 以下のポリ乳酸系樹脂を熔融紡糸により繊維化し、該ポリ乳酸系樹脂の繊維を天然繊維を混織してシート状にし、これを加熱加圧成型することを特徴とする繊維系ボードの製造方法。

(9) 上記繊維系ボードの製造方法において、前記ポリ乳酸系樹脂にポリカルボジイミド化合物を混練した後、該ポリ乳酸系樹脂を熔融紡糸により繊維化することを特徴とする繊維系ボードの製造方法。

【 0 0 1 0 】

本発明によれば、天然繊維とポリ乳酸系樹脂との組み合わせにより、製造、使用、廃棄の段階全体で環境への負荷を少なくし、さらには自動車内装材あるいは建材の用途で使用可能にするために曲げ強さが強く、高温高湿下での曲げ強さの保持率も高い繊維系ボードを提供することができる。

【 0 0 1 1 】

【発明の実施の形態】

本発明の繊維ボードにおいて、主材料の天然繊維としては、各種のセルロース系繊維、例えば木質系や草本系のセルロース系繊維を採用することができる。具体的には、(a) 木材パルプ、(b) バガス、ムギワラ、アシ、パピルス、タケ類等のイネ科植物パルプ、(c) 木綿、(d) ケナフ、ローゼル、アサ、アマ、ラミー、ジュート、ヘンプ等の韌皮繊維、(e) サイザルアサ、マニラアサ等の葉脈繊維等が挙げられる。

【 0 0 1 2 】

これらのうちでも、一年草であって熱帯地方および温帯地方での成長が極めて早く容易に栽培できる草本類に属するケナフから採取される繊維を採用することが、天然資源の有効活用の面、リサイクルの面から好ましい。特にケナフの韌皮にはセルロース分が 6 0 % 以上と高い含有率で存在していることから、ケナフ韌

皮から採取されるケナフ繊維の利用が好ましい。

【0013】

一方、天然繊維のバインダーとしては、天然物を原料とし生分解性を有するポリ乳酸系樹脂を使用する。ポリ乳酸系樹脂は非石油系の生分解性プラスチックであると共に、製造工程においても石油系の溶剤をほとんど使用しないために、繊維系ボードの製造、使用、廃棄の段階を全体で考えたとき、環境への負荷を少なくすることができる。また、ポリ乳酸系樹脂は生分解性プラスチックの中でも融点が170℃程度であって適度な耐熱性を有すると共に成型性に優れ、天然繊維との接着性にも優れている。さらに、ポリ乳酸系樹脂はボードに成型した後の曲げ強さおよび老化特性も優れており、特に高温高湿下で放置した後の曲げ強さの低下が少ない。

【0014】

本発明においてポリ乳酸系樹脂とは、乳酸ホモポリマーの他、乳酸コポリマー、ブレンドポリマーを含むものである。ポリ乳酸系樹脂の重量平均分子量は、一般に5～50万である。また、ポリ乳酸系樹脂におけるL-乳酸単位とD-乳酸単位との構成モル比L/Dは、100/0～0/100のいずれであっても良いが、高い融点を得るにはL乳酸およびD乳酸のいずれかの単位を75モル%以上含み、さらに高い融点を得るにはL乳酸およびD乳酸のいずれかの単位を90モル%以上含むことが好ましい。

【0015】

乳酸コポリマーは、乳酸モノマーまたはラクチドと共重合可能な他の成分とが共重合されたものである。このような他の成分としては、2個以上のエステル結合形成性の官能基を持つジカルボン酸、多価アルコール、ヒドロキシカルボン酸、ラクトン等、及びこれらの種々の構成成分よりなる各種ポリエステル、各種ポリエーテル、各種ポリカーボネート等が挙げられる。

【0016】

また、ポリ乳酸系樹脂の分子量増大を目的として、少量の鎖延長剤を添加しても良い。例えば、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネートなどのジ

イソシアネート化合物を添加して高分子量化したり、あるいはカーボネート化合物を用いて脂肪族ポリエステルカーボネートを得るようにしても良い。さらに、ポリ乳酸系樹脂の性質を損なわない範囲で、難燃剤、帯電防止剤、酸化防止剤等の添加剤や粒子を含有しても良い。

【0 0 1 7】

本発明の繊維系ボードは見かけ密度が 0.2 g/cm^3 以上であるように成型される。見かけ密度を 0.2 g/cm^3 以上にすることにより、自動車内装材用途、建築材料用途で使用するために必要な曲げ強さを具備することができる。特に、これら用途において良好な曲げ強さを得るためには、見かけ密度は 0.4 g/cm^3 以上、さらに好ましくは 0.6 g/cm^3 以上であると良い。なお、見かけ密度の測定方法は以下の方法で実施したものである。

見かけ密度 $[\text{g/cm}^3] = (\text{繊維系ボードの重量} [\text{g}]) / (\text{繊維系ボードの体積} [\text{cm}^3])$

【0 0 1 8】

ここで、繊維系ボードの重量 $[\text{g}]$ は 20°C 、 $65\% \text{ RH}$ の標準状態で 24 時間放置後の重量とする。一方、繊維系ボードの体積 $[\text{cm}^3]$ は、 $10 \text{ cm} \times 10 \text{ cm}$ の試験片の厚み $t [\text{cm}]$ を荷重をかけない状態で測定し、下式により求めるものとする。

繊維系ボードの体積 $[\text{cm}^3] = 10 \text{ cm} \times 10 \text{ cm} \times t [\text{cm}]$

【0 0 1 9】

また、本発明では、繊維系ボード中に存在するポリ乳酸系樹脂のカルボキシル末端量が 10 当量/t (トン) 以下であることが好ましい。該カルボキシル末端量が 10 当量/t 以下であると、ポリ乳酸系樹脂の加水分解を抑制でき、繊維系ボードの老化特性、特に高温高湿下で放置した後の曲げ強さの低下を抑えることができる。

【0 0 2 0】

ポリ乳酸系樹脂のカルボキシル末端量を 10 当量/t 以下にする方法としては、例えば、脂肪族アルコールやアミド化合物などの縮合反応型化合物や、カルボジイミド化合物、エポキシ化合物、オキサゾリン化合物、オキサジン化合物、ア

ジリジン化合物などの付加反応型の化合物などをポリ乳酸系樹脂のカルボキシル末端に反応させて封鎖すれば良い。後者の付加反応型の化合物を用いれば、例えば、アルコールとカルボキシル基の脱水縮合反応による末端封鎖のように余分な副生成物を反応系外に排出する必要がないため、ポリ乳酸系樹脂を溶融成型する際に付加反応型の化合物を添加・混合・反応させることができるため、実用的に十分高い分子量や耐熱性および耐加水分解性を兼ね備えた反応生成物を得るにあたり有利である。

【0 0 2 1】

上記付加反応型化合物の中でもポリ乳酸系樹脂にカルボジイミド化合物を添加する方法が好ましい。乳酸ポリマーまたはそれに含まれるオリゴマーの反応活性末端をカルボジイミド化合物で封鎖することにより、ポリマー中の反応活性末端を不活性化し、ポリ乳酸系樹脂の加水分解を抑制するのである。ここで言うカルボジイミド化合物は、例えば特開平 1 1 - 8 0 5 2 2 号公報記載のようにジイソシアネート化合物を重合したものが好適に用いられるが、中でも 4, 4' - ジシクロヘキシルメタンカルボジイミドの重合体やテトラメチルキシリレンカルボジイミドの重合体やその末端をポリエチレングリコール等で封鎖したものが好ましい。

【0 0 2 2】

乳酸ポリマーまたはそれに含まれるオリゴマーの反応活性末端は水酸基やカルボキシル基があるが、カルボジイミド化合物はカルボキシル基の封鎖性に優れている。カルボジイミド化合物の添加量は、カルボキシル末端量に対して決めることができるが、ラクチド等の残存オリゴマーも加水分解によりカルボキシル末端を生じることから、ポリマーのカルボキシル末端だけでなく、残存オリゴマーやモノマー由来のものも併せたトータルカルボキシル末端量の 2 倍当量以下とすることが好ましい。末端封鎖によりトータルカルボキシル末端濃度をポリ乳酸系樹脂全体に対して 1 0 当量 / t 以下にすると耐加水分解性を飛躍的に向上することができる。

【0 0 2 3】

また、本発明の繊維系ボードに用いるポリ乳酸系樹脂中に残存するモノマー量

は、原料ペレットの状態で、2000ppm以下、好ましくは1000ppm以下、さらに好ましくは500ppm以下であると良い。ポリ乳酸系樹脂を製造する重合方法において、モノマー／ポリマーの反応平衡により、相当量のモノマー（ラクチド）の一部や低分子量（オリゴマー）がポリマー系に残存する。この残存モノマーや低分子量オリゴマーが最終製品（成形品、フィルム、繊維など）に存在すると1種の可塑剤或いは加水分解のトリガーとして作用し、経時的な強度劣化を促進する原因となる。またラクチドは昇華性物質であり、例えば繊維の紡糸工程で昇華し、ダイスやノズルに付着して糸切れの原因になったり、昇華物が異臭の原因になったりする。このために、ポリマー系に残存するモノマーはできるだけ低減させる必要がある。低モノマー化の方法としては、例えば特許第3055422号公報に記載されているモノマーを昇華させる方法や特開平9-110967号公報に記載されている溶剤による洗浄処理などがある。

【0024】

本発明の繊維系ボードは、特に自動車内装材用途、建築材料用途などに用いる場合は、曲げ強さが初期値で30MPa以上あることが好ましい。この曲げ強さとは以下の式により計算される。

【0025】

$$\text{曲げ強さ (MPa)} = 3PL / 2Wt^2$$

P：最大曲げ荷重 (N)

L：支点間距離 (mm)

W：試験片の幅 (mm)

t：試験片の厚さ (mm)

【0026】

また、本発明の繊維系ボードにおいて、50℃、95%RHの高温高湿下で1200時間放置した後の曲げ強さの保持率が初期値の20%以上であることが好ましい。曲げ強さの保持率を20%以上とすることにより、繊維系ボードの使用環境を考慮した場合、材料としての長期間の信頼性を高くすることができ、ボードの変形または破壊に対する耐久性を増すことができる。これらの耐久特性を向上するためには、50℃、95%RHの高温高湿下で1200時間放置した後の

曲げ強さの保持率は初期値の30%以上であることが好ましい。

【0027】

また、本発明の繊維系ボード中のポリ乳酸系樹脂の混率は10～90重量%が好ましい。10～90重量%の範囲内であれば該ボードの剛性、曲げ強さ、風合いなどの要求に応じて任意に選ぶことができる。この混率を10重量%以上とすることによりバインダーとしての役割を十分に果たすことができ、初期の曲げ強さを30MPa以上とすることができ、自動車内装材用途や建築材料用途として適したものとなる。また、混率を90重量%以下とすることにより該ボードの性質がポリ乳酸系樹脂単独の性質とは異なり剛性、曲げ強さの高い、自動車内装材用途や建築材料用途として適した繊維系ボードとすることができる。

【0028】

本発明の繊維系ボードの製造方法は、特に限定されるものではないが、例えば以下の方法を採用することができる。

【0029】

まず、天然繊維を解繊し50mm程度にカットする。一方、ポリ乳酸系樹脂を熔融紡糸して織度6デシテックス程度の繊維とし捲縮を付与した後、50mm程度にカットする。ポリ乳酸系樹脂には熔融紡糸前にポリカルボジイミド化合物を混練すると良い。これら天然繊維とポリ乳酸繊維とを均一に混合し、分散させて繊維積層体とする。これをポリ乳酸繊維の融点以上に加熱加圧し成型する。その際にポリ乳酸繊維を熔融させ、天然繊維同士または天然繊維とポリ乳酸繊維を接着させることにより、十分な剛性、曲げ強さを有する繊維系ボードを得ることができる。

【0030】

得られた繊維系ボードは、例えば、ドアトリム基材、インナーパネル、ピラーガーニッシュ、リヤパッケージ、天井基材、衝撃吸収材、吸音材等自動車の内装材として、壁材、床材、床下の衝撃吸収材、断熱材等の建材として好適に利用される。

【0031】

上述した繊維系ボードの製造方法において、ポリ乳酸系樹脂は必ずしも繊維化

する必要はなく、上記のように繊維化する以外に、ポリ乳酸粉末、フレーク、ペレット、フィルムにして、これを主原料の天然繊維と固体または熔融状態で混合し、熔融圧縮成型する方法を採ることもできる。

【0 0 3 2】

【実施例】

以下、本発明の実施例を説明する。なお、実施例中の測定方法は以下の方法を用いた。

【0 0 3 3】

A. トータルカルボキシル末端濃度

特開 2 0 0 1 - 2 6 1 7 9 7 号公報記載のように、秤量したサンプルを含水率 5 % に調整した α -クレゾールに溶解し、ジクロロメタンを適量添加した後、0 . 0 2 規定の KOH メタノール溶液で滴定した。この時、乳酸 2 量体であるラクチド等のオリゴマーは加水分解しカルボキシル末端を生じるため、ポリマーのカルボキシル末端およびモノマー由来のカルボキシル末端の両方を合計したカルボキシル末端濃度を求めた。

【0 0 3 4】

B. 曲げ強さ

作成した繊維系ボードから幅 W 5 0 mm、長さ 1 5 0 mm の試験片 S を採取する。このとき、試験片 S の板厚を t (mm) とする。図 1 に示すように、試験片 S を支点間距離 $L = 1 0 0$ mm で支えた状態で支点間中心に荷重速度 5 0 mm / 分にて荷重 P を加える。ここで、支点及び荷重作用点の曲率半径 R は 3 . 2 mm とする。そして、試験片 S を屈曲させるのに要した最大曲げ荷重 P を測定し、下式により曲げ強さを求める。その平均値をその試験片 S の曲げ強さとした。

$$\text{曲げ強さ (MPa)} = 3 P L / 2 W t^2$$

【0 0 3 5】

C. モノマー量測定

試料をアセトニトリルに浸漬して抽出した液を、溶媒にアセトニトリル、ポリマー系逆相分配カラム、UV 検出器を用いて液体クロマトグラフにより分析し、絶対検量線法でモノマー量を算出した。

【0036】

実施例 1

ポリ乳酸系樹脂を公知の方法で繊維化し、捲縮付与後カットして繊維度 6.6 デシテックス、長さ 51 mm の短繊維を得た。このときカルボキシル末端濃度は 40 当量/t であった。このポリ乳酸繊維とケナフ靱皮繊維を 65 mm にカットしたものを 30 : 70 の重量比で混綿、開繊してシート状にしたものを積層し、目付 1600 g/m² の積層体を得た。この積層体を 2 枚の金型の間に厚さ 2.3 mm のスペーサと共に挟み込み、230℃加熱下のプレス機で圧力 2.4 MPa、1 分間加熱加圧成型を行った。

【0037】

得られた繊維系ボードの目付は 1500 g/m²、厚さ 2.3 mm、見かけ密度 0.65 g/cm³、曲げ強さは 33 MPa であった。また、該ボード中のポリ乳酸系樹脂のカルボキシル末端濃度は 45 当量/t であった。該ボードを 50℃、95%RH の高温高湿下で 1200 時間処理したところ、曲げ強さは 7.7 MPa となり、保持率は 23% であった。

【0038】

実施例 2

実施例 1 のポリ乳酸系樹脂にポリカルボジイミド化合物として日清紡社製の熱可塑性ポリカルボジイミド“カルボジライト”HMV-8CA（カルボジイミド 1 当量/カルボジイミド 278 g）を用い、混練した。添加量はカルボキシル末端量に対し 1.0 倍当量（ポリ乳酸系樹脂に対して 1.0 wt%）とした。実施例 1 と同様に短繊維化したところカルボキシル末端濃度は検出限界である 5 当量/t 以下であった。その他は実施例 1 と同様にして繊維系ボードを得た。

【0039】

得られた繊維系ボードの目付は 1600 g/m²、厚さ 2.3 mm、見かけ密度 0.70 g/cm³、曲げ強さは 43 MPa であった。また、該ボード中のポリ乳酸系樹脂のカルボキシル末端濃度は検出限界である 5 当量/t 以下であった。該ボードを 50℃、95%RH の高温高湿下で 1200 時間処理したところ、曲げ強さは 17 MPa となり、保持率は 39% であった。

【0040】

実施例 3

重量平均分子量 (Mw) 121000、融点 (Tm) 175.8℃、モノマー量 487 ppm のポリ乳酸系樹脂にポリカルボジイミド化合物として日清紡社製の熱可塑性ポリカルボジイミド “カルボジライト” HMV-8CA (カルボジイミド 1 当量 / カルボジイミド 278 g) を用い、混練した。添加量はカルボキシル末端量に対し 1.0 倍当量 (ポリ乳酸系樹脂に対して 1.0 wt %) とした。実施例 1 と同様に短繊維化したところカルボキシル末端濃度は検出限界である 5 当量 / t 以下であった。その他は実施例 1 と同様にして繊維系ボードを得た。

【0041】

得られた繊維系ボードの目付は 1600 g/m²、厚さ 2.3 mm、見かけ密度 0.70 g/cm³、曲げ強さは 40 MPa であった。また、該ボード中のポリ乳酸系樹脂のカルボキシル末端濃度は検出限界である 5 当量 / t 以下であった。該ボードを 50℃、95% RH の高温高湿下で 1200 時間処理したところ、曲げ強さは 16.5 MPa となり、保持率は 41% であった。

【0042】

比較例 1

実施例 1 と同様にして目付 240 g/m² の積層体を得た。この積層体を 2 枚の金型の間に厚さ 2.3 mm のスペーサと共に挟み込み、230℃加熱下のプレス機で圧力 2.4 MPa、1 分間加熱加圧成型を行った。得られた繊維ボードの目付は 230 g/m²、厚さ 2.3 mm、見かけ密度 0.1 g/cm³、曲げ強さは 3.2 MPa であった。また、該ボード中のポリ乳酸系樹脂のカルボキシル末端濃度は 45 当量 / t であった。該ボードを 50℃、95% RH の高温高湿下で 1200 時間処理したところ、曲げ強さは 0.63 MPa となり、保持率は 20% であった。

【0043】

上記実施例及び比較例で得られた結果をまとめて表 1 に示す。

【 0 0 4 4 】

【表 1】

表 1

| | 曲げ強さ (MPa) | 高温高湿処理後の 曲げ強さ (MPa) | 曲 げ 強 さ 保持率 (%) |
|-------|---------------|------------------------|--------------------|
| 実施例 1 | 33 | 7.7 | 23 |
| 実施例 2 | 43 | 17.0 | 39 |
| 実施例 3 | 40 | 16.5 | 41 |
| 比較例 1 | 3.2 | 0.63 | 20 |

【 0 0 4 5 】

【発明の効果】

本発明によれば、天然繊維とポリ乳酸系樹脂とを組み合わせにより、製造、使用、廃棄の段階全体で環境への負荷を少なくし、さらには曲げ強さや曲げ強さ保持率に優れた繊維系ボードを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明における曲げ強さの測定方法を示す説明図である。

【符号の説明】

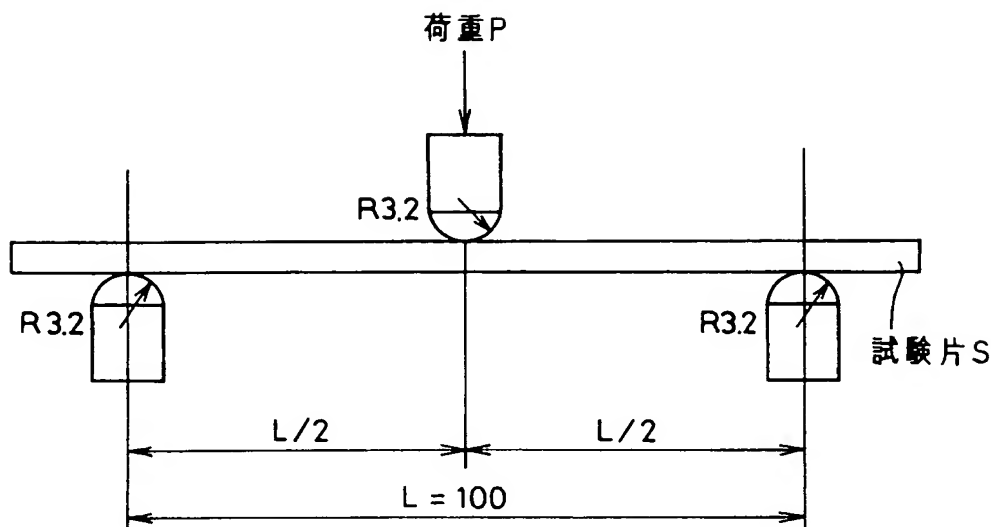
L 支点間距離

P 荷重

S 試験片

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 製造、使用、廃棄の段階全体で環境への負荷を少なくし、さらには自動車内装材あるいは建材の用途で使用可能にするために曲げ強さが強く、高温高湿下での曲げ強さの保持率も高い繊維系ボード及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 天然繊維にバインダとしてポリ乳酸系樹脂が混在し、見かけ密度が 0.2 g/cm^3 以上である。好ましくは、ポリ乳酸系樹脂のカルボキシル末端量は 10 当量/t 以下である。ポリ乳酸系樹脂にはポリカルボジイミド化合物が添加される。原料ペレットの状態での残存モノマー量が 500 ppm 以下のポリ乳酸系樹脂を用いる。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 2 - 2 7 1 5 4 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 1 0 1 6 3 9]

1 . 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

愛知県豊田市吉原町上藤池 2 5 番地

氏 名

アラコ株式会社

特願 2 0 0 2 - 2 7 1 5 4 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 3 1 5 9]

- 1 . 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 2 9 日
 [変更理由] 新規登録
 住 所 東京都中央区日本橋室町 2 丁目 2 番 1 号
 氏 名 東レ株式会社

- 2 . 変更年月日 2 0 0 2 年 1 0 月 2 5 日
 [変更理由] 住所変更
 住 所 東京都中央区日本橋室町 2 丁目 2 番 1 号
 氏 名 東レ株式会社

特願 2 0 0 2 - 2 7 1 5 4 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 2 4 1 4 8 5]

1 . 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 3 日

[変更理由]

新規登録

住 所

愛知県名古屋市中村区名駅 4 丁目 7 番 2 3 号

氏 名

豊田通商株式会社

2 . 変更年月日

2 0 0 3 年 2 月 4 日

[変更理由]

住所変更

住 所

愛知県名古屋市中村区名駅 4 丁目 9 番 8 号

氏 名

豊田通商株式会社

特願 2 0 0 2 - 2 7 1 5 4 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 3 2 0 7]

1 . 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 7 日

[変更理由]

新規登録

住 所

愛知県豊田市トヨタ町 1 番地

氏 名

トヨタ自動車株式会社